

シリカナノ粒子 2 峰分散試料における Ostwald 成長の、原子間力顕微鏡による観察

AFM Observations of Ostwald Ripening in a Silica Nano-particle Bimodal Suspension

産総研 物質計測標準 ○ 重藤 知夫

AIST, ○Tomoo SIGEHUZI

E-mail: sigehuzi.tomoo@aist.go.jp

顕微鏡観察用にナノ粒子 [3] やナノ結晶 [4] をシリコン基板に展開する方法として、我々はこれまで「サンドイッチ凍結乾燥法」[1, 2] (図 1) を開発してきた。懸濁液や水溶液をシリコン基板で挟んで薄膜にして上下から低熱源に接触させると、熱交換や熱伝導の時間が劇的に減少し、凝集する間もなく凍結する。真空中で水分を昇華させれば、基板上にバラバラのナノ粒子が残る。

50nm 径と 100nm 径のシリカ 2 峰分散液をこの手法で展開した基板を原子間力顕微鏡 (AFM) で観察し、粒径分布を取得すると、「仕込み」の分布が再現できる [3]。展開は均一で各位置の代表性に問題はなく、懸濁液中のナノ粒子のサイズ等の分布の計測に利用できることが分かる。

今回は、サンドイッチ法展開試料の原子間力顕微鏡観察による粒径分布計測の精度を示すため、分布のわずかな変化の検出を試みた。先述のシリカ 2 峰分散液は、単分散分散液の混合後ガラス容器中に保存された。二酸化ケイ素はわずかに水に溶けるため、Ostwald 成長により、曲率が高い位置から低い位置への移動が起こるはずである。容器の存在を考慮すると、すべての粒子が時間とともに小さくなり、その速度は粒径が小さいほど速いと予想される。

混合後 672 日後および 915 日後の懸濁液をサンドイッチ凍結乾燥法でシリコン基板上に展開し、AFM で観察した。一見すると、915 日経過しても形状像に変化はない (図 2)。

形状像から取得した粒径分布の経時変化を図 3 に示す。上記の予想通りの分布変化が観測されている (100nm 径粒子の比率が 915 日目に若干低下して見えるのは、大粒子中心の凝集が生じ始めたためと考えられる)。容器の存在を考慮した Ostwald 成長が確かに起こっていることが確かめられた。同時に、サンドイッチ凍結乾燥法が十分に均一なナノ粒子基板展開法であり、それを計測・解析することで、他手法では検出困難な数 nm 程度のピーク粒径変化を検出できることが示された。

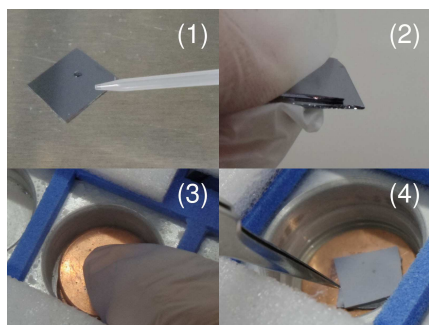


図 1: サンドイッチ凍結乾燥法

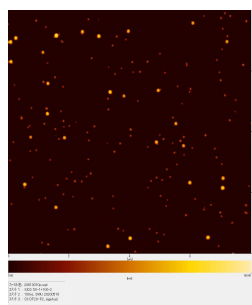


図 2: 915 日経過試料の AFM 形状像

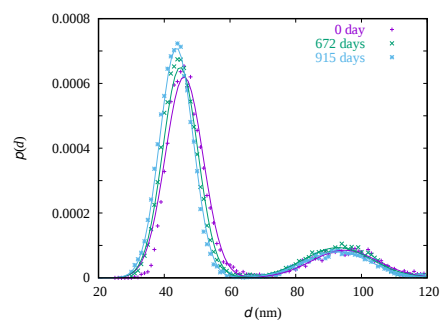


図 3: 粒径分布の経時変化

参考文献

- [1] Tomoo Sigehuzi, J. Chem. Phys **147**, 041201 (2017)
- [2] 特許第 6708327 号
- [3] 重藤知夫, 第 65 回応用物理学会春季学術講演会 (2018)
- [4] 重藤知夫, 第 66 回応用物理学会春季学術講演会 (2019)